PATENTAMT

RECORDED

Offenlegungsschrift 25 27 113

Aktenzeichen:

P 25 27 113.0

· Anmeldetag:

18. 6.75

Offenlegungstag:

8. 1.76

BEST AVAILABLE COPY

Unionspriorität:

69 69 69

18. 6.74 Italien 24048 A-74

04137X/03 MONTEDISON SPA

MONT 18.06.74

*DT 2527-113

18.06.74-IT-024048 (08.01.76) A01n-09/20 C07c-103/76 N,N-Di (1-ethyl-propyl)-benzamides - for use as herbicides, esp. for selective control of grassy weeds

Bensamide derive. of formula (I) are new:

$$Z \longrightarrow CON \subset CH(Et)_2$$
 (I)

(where X, Y and Z are H, halogen, 1-6C alkyl, 1-6C alkoxy.

NH₂ or NO₂).

NB. All the cpds. specifically claimed and exemplified

NB. All the cpds. specifically claimed and exemplified are substd, in the 2-, 3- and/or 5-posn, of the benzene ring (not in the 4-posn.).

USES

(I) are herbicides esp. useful for the selective control (pre- or post-emergence) of grassy weeds (esp. Echinochlocrus-galli and Setaria glauca), e.g. in oat, beet, bean, tomato, wheat, maize and rice crops.

SPECIFICALLY CLAIMED

C10-B1A, C10-B2A, C10-D3, C12-P6.

14 Cpds., including N,N-di(1-ethylpropyl)-3-ethylbenzamide (Ia), N,N-di(1-ethylpropyl)-3-ethyl-5-bromobenzamide and N.N-di(1-ethylpropyl)-2,3,5-trichlorobenzamide.

PREPARATION

(I) can be prepd. by reacting 3-bromopentane (II) with an equimolar amt. of 3-aminopentane (III) and reacting the resulting di(1-ethylpropyl)amine (IV) with the corresp. benzoyl chloride of formula (V):

A mixt. of 87.2 g. (III), 151 g. (II) and 150 ml. EtOH was refluxed for 6 days, evapd., and the residue dissolved in conc. KOH soln, and extracted with ether. The extract was dried, evapd, and fractionated in vacuo to give (IV), b.pt. 67°C/16 mm Hg. A mixt, of 15 g, m-ethylbenzoic acid and

04137X Contd

1 2. Juni 1975

RECHTSANWALTE DR. JUR. DIPL-CHEM. WALTER BETS ALFRED HOEPPENER DR. JUR. DIPL-CHEM. H.-J. WOLFF DR. JUR. HARIS COR. BETS

623 FRAMEFORT AM MAIN - HUCHST

Unsere Nr. 19 901

Pr/br

Montedison S.p.A. Mailand/Italien

N,N-Di-(α-äthyl-n-propyl)benzamide, Verfahren zu deren Herstellung und dieselben enthaltende Herbizide

Die Erfindung betrifft substituierte Benzamide, Verfahren zu deren Herstellung und dieselben enthaltende Herbizide.

In der IT-PS 852 484 wird eine Klasse von Herbiziden der folgenden allgemeinen Formel beschrieben:

worin X ein Halogenatom oder CH_3 , Y ein Halogenatom oder CH_3 , n = 1 oder 2 und Z einen Alkylrest mit 1 bis 5 C-Atomen bedeuten, wobei, wenn n = 2 bedeutet, X und Y nicht CH_3 sind.

Aus der FR-PS 1 446 959 ist ebenfalls eine Verbindungsklasse der allgemeinen Formel bekannt:

worin R_1 einen Alkylrest mit 2 bis 3 C-Atomen und R_2 ein Wasserstoffatom oder einen Alkylrest mit 2 bis 3 C-Atomen und n eine ganze Zahl von 1 bis 3 bedeuten.

Die US-PS 3 231 360 beschreibt die Verwendung von 3-Brom-N,N-dialkenylbenzamiden.

Es wurde nun gefunden, daß die N,N-Di-(\alpha-\alphattathyl-n-propyl)-benzamidderivate mit einem oder mehreren Substituenten am Benzolkern besonders wirksam als Herbizide sind.

Die erfindungsgemäßen Benzamide besitzen die folgende allgemeine Formel:

worin X, Y und Z gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff- oder Halogenatome oder Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen, Alkoxylreste mit 1 bis 6 C-Atomen, NH₂- oder NO₂-Reste bedeuten.

Das Herstellungsverfahren umfaßt die folgenden Stufen:

- a) Herstellung von Di-(α-äthyl-n-propyl)-amin durch Umsetzung von 3-Aminopentan mit 3-Brompentan;
- b) Umsetzung von Di-(α-äthyl-n-propyl)-amin mit dem Chlorid von am Benzolkern substituierter Benzoesäure unter Erzielung des substituierten Di-(α-äthyl-n-propyl)-benzamids.

Die interessantesten Produkte im Hinblick auf ihre Wirksamkeit sind:

```
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-āthyl-benzamid (PAL 1000);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-āthyl-5-brombenzamid (PAL 211);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-isopropylbenzamid (PAL 106);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-methyl-5-brombenzamid (PAL 210);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-chlorbenzamid (PAL 1138);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3,5-dichlorbenzamid (PAL 1143);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-2,3,5-trichlorbenzamid (PAL 1152);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-methylbenzamid (PAL 1288);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-methoxybenzamid (PAL 1289);
N,N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-jodbenzamid (PAL 1290);
N,N'-Di(α-āthyl-n-propyl)-2-amino-3-brom-5-methylbenzamid (PAL 1324);
N.N-Di-(α-āthyl-n-propyl)-3-nitrobenzamid (PAL 1409);
```

N,N-Di-(α -äthyl-n-propyl)-3-brom-5-methoxybenzamid (PAL 1434); N,N-Di-(α -äthyl-n-propyl)-3-äthoxybenzamid (PAL 1421).

Andere Produkte der gleichen Reihe zeigen ebenfalls interessante Wirksamkeiten. Die Eigenschaften der vorstehend genannten erfindungsgemäßen Benzamide werden in nachstehender Tabelle I wiedergegeben.

...

509882/1006

TABELLE I

Eigenschaften der erfindungsgemäßen Benzamide

| | | , - 5 - | | | |
|--|--|----------------------------------|-------------------|--------------------|-------|
| Löslichkeit | unlöslich in HO, löslich in üblichen organischen Lösungsmitteln | a sagrapa a garaga | = Vaytuu | 25271 | 3 |
| Gef. | 4,97 | 4.77 | 4.70 | 92°>- | e jan |
| Ber. | 5,09 | h,61 | 4,81 | 4 ,59 | |
| м Ое Эе | 10,62 | 11,01 | 9,92 | 10,26 | |
| Ber. | 10,61 | 10,96 | 10,03 | 10,23 | |
| der. | 78,11 | 79,00 | 74,18 | 74,41 | |
| Ber. | 78,49 | 79,15 | 74,18 | 74,71 | |
| Schmelzpunkt Siedepunkt (kristalli- siert aus Lösungsmit- tel) | 130-132°C (0,1 mm) | (0) | 115°C (0,2 mm) | 140°C (0,05 mm) | |
| CH(C ₂ H ₅) ₂ R-CO-N CH(C ₂ H ₅) ₂ | CH ₃ | 180C ₃ H ₇ | OCH ₃ | 00°2°H5 | - |
| Ver- bindung | PAL 1288 | PAL 106 | 1289 | PAL 1421 | · |

| - | unlöslich in H _O | Lösungsmitteln | . = | | = | | = | 6 - | = | |
|-------------|-------------------------------|----------------|-----------|-----|--------------------|-----|--------|------|---------------------------|---|
| | 9,29 | | 4,53 | | 3,32 | | 4,35 | | 3,73 | |
| | 9,14 | 1 | 4,73 | | 3,62 | | 45°.4 | • | 3,80 | |
| | 8,62 | 1 | 8,79 | | 6,58 | | 7.74 | | 8,03 | |
| . | 8,55 | | 8,86 | | 6,77 | | 7,63 | | 8,21 | |
| - | 69°99 | | 68,75 | | 52,43 | 1 | 62,07 | 1 | 61,85 | |
| | 66,64 | | 69,01 | T | 52,72 | | 61,82 | 1 | 61,95 6 | - |
| - | 65-67°C (Petrol- #ther) | 137-1380 | (0,05 mm) | 0 | 135°C (0,06 mm) | | (XtOH) | | 39-40°C (Atoh 65°C) | |
| | NO ₂ | | | Ċ | | | | C2H5 | | - |
| PAL 1400 | | . PAL 1138 | | PAL | 1690 | PAL | 1143 | PAT | 211 | |

Fortsetzung von Tabelle I

.

Fortsetzung von Tabelle I

| | (Hexan) | | | | 60 | 0 | 3,63 | löslich in üblfcher organischen Lösungsmitteln |
|--|------------------|-------|-------|-----------------|------|------|------|--|
| PAL C1 | 159°C (0,1mm) | 55,98 | 56,27 | 56,27 6,63 6,76 | 6,76 | 3,84 | 3,71 | = |

 $^{(\circ)}$ Undestillierbares öl. Dünnschichtchromatographie an Silicagel HF $_{25\mu}$ (Marck); Lösungsmittel = Hexan 80 %-Athylacetat 20 %

e erfindungsgemäßen Verbindungen zeigen eine spezifische sytotoxizität gegenüber wichtigen Grasspecies, insbesondere genüber den grasartigen Unkräutern, wie beispielsweise: sarantus retroflexus L, Artemisia vulgaris L, Chenopodium bum L, Convolvulus sepium L, Technocloa crus-galli R.S., staria glauca L, Vicia sativa L.

gegen zeigen sie keine Phytotoxizität gegenüber irgendelchen Species von Nutzpflanzen, wie beispielsweise:
rena sativa L, Beta vulgaris L, Phaseolus vulgaris L,
sum sativum L, Solanum Lycopersicum L, Triticum vulgare L,
a Mais L, Oryza sativa L.

re Wirkung besteht darin, daß das Wachstum der Unkräuter ihrend ihrer frühen Lebensperiode gestoppt wird. Die grüne rbe der Blätter wird intensiver, jedoch wird das Wachstum hemmt und nach einiger Zeit sterben die Pflänzchen ab.

e erfindungsgemäßen Verbindungen sind sowohl als Voraufuf- als auch als Nachauflaufherbizide wirksam.

nachstehender Tabelle II, worin die Unkräuter in der eihenfolge, in der sie vorstehend genannt wurden, mit

B, C, D, E, F, G bezeichnet werden, wird der Wirksamkeitsad der erfindungsgemäßen Verbindungen bewertet, wobei die
erte von O (keine Wirksamkeit) bis 4 (maximale Wirksamkeit
it vollständiger Abwesenheit von Keimen oder totales Abtöten
er Pflanzen beim Heraustreten aus dem Boden) reichen (ein
indestrich zwischen den Zahlen bedeutet, daß der Wert ein
ittelwert ist, wobei die linke Zahl die maßgeblichste ist).

ie Herbizidmengen werden in kg/ha angegeben.

TABELLE II

Unkrautvernichtungswirkung der erfindungsgemäßen Produkte

| | 1 | | | ï | | | |
|-----|-------------|----------|--------------------|----------------|---|---|-----------------|
| | | - | ၁ | . , | 0 | + | <u>25271</u> 13 |
| | | - | ٤. | 7 | <u> </u> | 2 2 3 4 4 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 5 | m |
| | u£. | <u> </u> | 22 | · w | 1-10 | 2 - 3 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - | 1 W |
| Ì | ıfja | L | <u> </u> | <i>a</i> | N | 2-3 | 4 0 |
| | Nachauflauf | - | ١ | .1 | | 1 | 1 1 |
| | Ž | . = | - | | | • | |
| | | < | : | M | 0 | N | ≠ 0 |
| | • | U | 1 | 0 | 0 | 0 | N Н |
| | | ۳ | | a | | 2222NH | 4 4 |
| | | 디 | | ⇒ | a | 2 2 2 2 N O | 4 4 |
| | Jn: | Ω | $oldsymbol{\perp}$ | 2 | 0 | 1-2 | ≠ 0 |
| | Vorauflauf | ပ | _ | | . • | • | 1 1 |
| | Vor | a | | 1 | | 1 | 1 1 |
| | | <u> </u> | | m | 0 | Н | N O |
| Ŀ | ×8/ | <u>د</u> | | 9 | ∾. | 20 T T T T T T T T T T T T T T T T T T T | 9 N |
| | Verbindung | | Br | 125 CH-C2H5 | C ₂ H ₅ C ₂ H ₅ | $\begin{array}{c} c_{2}^{H_{5}} \\ c_{2}^{H_{5}} \\ c_{2}^{H_{5}} \\ c_{2}^{H_{5}} \\ c_{2}^{C_{5}} \\ c_{2}^{$ | 180C3H7 C2H5 |
| PAL | Nr. | | | 211 | | 1000 | 106 |

| II |
|------------|
| Н |
| ٠. |
| |
| w |
| ~ |
| 11e |
| Tabe] |
| × |
| يد |
| _@ |
| ₽ |
| |
| Von |
| Ξ |
| 2 |
| ~ |
| |
| ы |
| ਟ |
| = |
| ٠, |
| N |
| t |
| Ø |
| m |
| |
| ortsetzung |
| Ħ |
| 0 |
| ~ |

| | | | | | .* | | | | |
|--------------|-----|-----------------|-----------------|----------------------------------|---------------------|-------------|---------|-------|-------------------------------------|
| | | د | 7 | 0 | ~ : | 0-1 | | 0-1 | 25271 |
| | " | - | 4 | | 3-4 | 2 - 4 | | 3-4 | |
| | | 2 | m | 0 | 3-4 | 2-1 | | m | - |
| Nachaufjauf. | ٥ | | ~ | М | 3 5 | 1-2 | | 4 | |
| chan | c | , . | | ı | 4 4 | · N. | | a | |
| A A | . = | | ı | ı | W . | 2-1 | | H . | |
| | < | - | * | 0 | = 0 | | | N | |
| | ပ | | | 0 | 1-0 | | | 0 | <i>2</i> |
| | 2 | . = | r | a | a a | - N | | 3-4 | |
| | ப | 17 | - | 4 | 4 4 | 3-1-2 | | 3-4- | <u> </u> |
| . sq | ۵ | K | ` | +1 | 2-3 | | | 0-1 | |
| Vorauflauf | ပ | 1 | | . • | N | | | - | |
| Vora | O | | | .8 | N | | | 1. | · · |
| | < | 2 | , | ₹-1 | N | | · · | ı | |
| kg/ | ha | ٥ | | ∾ . | 9 = | N .H | · | 9 | |
| Verbindung | | C2H5 CH-C2HE | CONCON-CH-C'H | Br C ₂ H ₅ | C2H5 CON CH-C2H5 | c1 cH-c2H5 | C1 C2H5 | -(CON | cı cı c ₂ H ₅ |
| PAL Nr. | · | 210 |) | | 1138 | | | 1152 | |

| | | 1 | ` ` | - 11- | | |
|------------------------|-------------|----|---|---|------------------------------------|-----|
| ٠ | | - | 0 0-1 | v4 | <u>°° 25271</u> | 1 2 |
| | | | 1-2 | m | m = m | 13 |
| | ٤ | | 1-2 | 4-3 | 7 0 0 | |
| | rjan | L | n | 3-2 4 | 0 3 | |
| | Nachaufjauf | 1 | 2-3 | 1 | + + 0 | |
| | Na | ١٠ | | | | |
| | | < | 3-4 | # | | |
| | | U | 1 1 2 | 0 . | 4 0 0 | |
| • | | 2 | 3 M H | | 0 | |
| | i . | ខ | 3-4 | | 2 - 2 | • |
| | | ۵ | 2-3 | # | # m a | |
| | Vorauflauf | ပ | 2-3 | <u> </u> | N 0 0 | • |
| •• | orau | D | 2 | | | |
| | Š | < | 0 | | | |
| | x kg/ | ë | 9 7 7 | ਜ | N O Q | |
| | | - | | 9 | ν - ν | |
| ы | | | CON CH-C2H5 CH-C2H5 CH-C2H5 | H. 5. | 2 2 2 2 | |
| le I: | | | CH-C, | C2H5 CH-C2H5 CH-C2H5 CH-C2H5 | C2H5 CH-C2H5 CH-C2H5 C2H5 | |
| abel. | 8 | | CON | , XO2- | 0 - 0 | |
| ng T | Indu | | | | 0 | |
| Portsetzung Tabelle II | Verbindung | | | SCH 3 | | |
| orta | | | | <u></u> | | |
| DE, | | + | | | | |
| | PAL | | 1288 | . 68 | 0 | |
| | | | - | 1289 | 1290 | |

_

Fortsetzung Tabelle II

| 1 | | J. | , i | | | | | • | |
|---|--------------|--------|---|-----------------------------------|------------|----------------------------------|---------------|-----------|---|
| 1 | · | ŭ | 4-3 | N | +1 | ı | - 1 | 1 | |
| | | 83 | m | N | ਜ | ı | 1 | ı | • |
| | Jaar. | a | + 100 | 2-3 | + | | ı | 1 | _ |
| | Nachauflauf. | ပ | 4-3 | | 1 | • | ı | | _ |
| İ | Nac | . n | n | | 1 | 1 | ı | | |
| | | < | 3-4 | ~ | 0 | ı | ı | 1. | |
| | | ပ | 0 | 0 | 0 | • | 1 | • | • |
| | | 느 | - | N | 4 | • | | • | |
| | | ല | £-4 | · m | <u>-</u> ਸ | • | 1 | 1 | |
| | . J. | ۵ | . о | ~ | 0 | 1 | ı | • 1 | |
| | Vorauflauf | ပ | 0 | | ١. | ٠, | ı | | |
| | loral | п | 0 | ı | ı | 1 | J | 1 | |
| | | < | 0 | ं स | <u>ः</u> | • | t | . 1 | |
| | kg/ | ha | 9 | 9 | 9 | i | <u> </u> | | |
| | Verbindung | | Br NH ₂ C ₂ H ₅ CH-C ₂ H ₅ CH ₃ CH ₃ C ₂ H ₅ | C2H5 CH-C2H5 NO2 CH-C2H5 | Br C2H5 | CH-C ₂ H _E | CH-CONCH-COHE | don3 c2H5 | |
| | PAL | r L | 1324 | 1409 | | | 1434 | | |

| | | ၁ | N H H t |
|------------------------|-------------|------------|--|
| | | ۲ | z m m I |
| | | 82 | a a m l |
| 5 | Nachaurtaur | ۵ | m a a 1 |
| | haur | U | 1 1 1 |
| | Na Na | .0 | 1 1 1 1 |
| | | < | 3 M M I |
| | | ပ | 0000 |
| | | - | a a a M |
| | | ខ | a a a M |
| | Vorauflauf | ۵ | N N 11 0 |
| | | υ | 1 1 1 |
| | | n | 1 1 1 |
| | | < | 0000 |
| | kg/ | a d | 6 4 6 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 |
| Fortsetzung Tabelle II | | Verbindung | C2H5 CH-C2H5 CH-C2H5 CCH-C2H5 |
| - | | PAL Nr. | 1421 |

Wie aus Tabelle II ersichtlich ist, schwankt die Wirksamkeit innerhalb der Species von Specie zu Specie in Abhängigkeit von der Verbindung, obgleich im allgemeinen eine größere Wirksamkeit gegenüber Echinocloa crus-galli L.und Setaria glauca L. beobachtet wird.

In einigen Fällen ist die Verbindung bei der Vorauflaufbehandlung nicht wirksam, während sie später wirksam ist. (beispielsweise PAL 1421 gegenüber Amarantus retroflexus), in anderen Fällen dagegen ist die Verbindung bei der Nachauflaufbehandlung nicht wirksam, während sie bei der Vorauflaufbehandlung wirksam ist (PAL 1434 gegenüber Amarantus).

Die erfindungsgemäß anwendbaren Herbizidmengen schwanken innerhalb eines weiten Bereiches. Im allgemeinen bieten Dosen von 4 bis 10 kg/ha ausreichenden Schutz. In einigen Fällen und gegenüber einigen Species erwiesen sich sogar Dosen von 0,25 kg/ha als wirksam.

Ein besonderes Charakteristikum der Synthese der neuen Verbindungen ist die Umsetzung von 3-Aminopentan mit 3-Brompentan in äquimolaren Mengen in einem wasserfreien polaren organischen Lösungsmittel. Es erfolgt ein langes Sieden unter Rühren, wonach das Lösungsmittel verdampft und die Reaktion mit konzentrierter KOH beendet wird. Durch Extraktion mit Lösungsmitteln und fraktionierte Destillation unter Vakuum erhält man reines N,N-Di-(\alpha-\text{athyl-n-propyl)amin} (Siedepunkt = 67°C bei 16 mm Restdruck).

Dieses Produkt wird in an sich bekannter Weise mit dem Chlorid des substituierten Benzoesäureringes in Gegenwart eines HCl-Akzeptors umgesetzt. Das erhaltene Produkt ist das Amid, das manchmal durch fraktionierte Destillation wie beispielsweise bei N,N-Di-(x-äthyl-n-propyl)-3-äthyl-benzamid gereinigt werden kann, während es manchmal aus Lösungsmitteln kristallisierbar ist. Um die erfindungsgemäßen Verbindungen auf den zu behandelnden Boden aufsprühen zu können, werden sie mit Emulgatoren und/oder Verdünnungsmitteln gegebenenfalls in Gegenwart von anderen Herbiziden wie Vertilgungsmittel von Meerespflanzen und Unkräutern oder Düngemitteln formuliert.

Nachstehende Beispiele dienen der weiteren Erläuterung der Erfindung:

Beispiel 1

Herstellung von Di(α-äthyl-n-propyl) -amin C₁₀H₂₃N

Ein Kolben, der mit einem Rückflußkühler und einem Rührer ausgestattet war, wurde mit 87,2 g 3-Aminopentan und 151 g 3-Brompentan in 150 ml absolutem Äthanol beschickt. Die Beschickung wurde 6 Tage lang unter Rückfluß und unter Rühren erhitzt, worauf das Lösungsmittel abgedampft wurde. Der Rückstand wurde wieder in einer konzentrierten KOH-Lösung gelöst und mit Äther extrahiert. Die Ätherextrakte wurden über wasserfreiem Na₂SO₄ getrocknet und das Lösungsmittel abgedampft. Der ölige Rückstand wurde unter Vakuum fraktioniert destilliert. Die bei 67°C und 16 mm Restdruck destillierende Fraktion wurde gesammelt.

Beispiel 2

Herstellung von N,N-Di-(\alpha-\text{\text{athyl-n-propyl}})-3-\text{\text{\text{athylbenz-}}} amid (PAL 1000)

15 g n-Athylbenzoesäure (Schmelzpunkt = 47°C, aus verdünntem Athanol umkristallisiert) wurden 1 Stunde lang unter Rück-fluß mit 50 ml Thionylchlorid erhitzt.

Das überschüssige Thionylchlorid wurde unter Vakuum entfernt. Der Rückstand wurde in 300 ml wasserfreiem Benzol, dem 0,1 Mol 'Di-(x-äthyl-n-propyl) amin, hergestellt nach Beispiel 1, und 0,1 Mol Triäthylamin zugesetzt worden waren, gelöst. Das Gemisch wurde 1 Stunde lang unter Rückfluß in einem Wasserbad erhitzt. Es wurde 1 g Aktivkohle zugesetzt und anschließend filtriert. Das Lösungsmittel wurde unter Vakuum abgedampft und der ölige Rückstand destilliert, wobei die bei 125°C und 0,05 mm Restdruck siedende Fraktion gesammelt wurde. Man erhielt N,N-Di-(x-äthyl-n-propyl)-3-äthylbenzamid als dickes, in Wasser unlösliches und in üblichen organischen Lösungsmitteln lösliches Öl.

C % ber. 78,84 H % ber. 10,79 N % ber. 4,83 gef. 78,57 gef. 10,77 gef. 4,96

Beispiel 3

Herstellung von N,N-Di-(Q-äthyl-n-propyl)-3-methyl-brombenzamid

21,5 g (0,1 Mol) 3-Methyl-5-brombenzoesäure (Schmelzpunkt = 178°C), aus Athanol umkristallisiert, hergestellt nach

E. Bures, J. Borgman Cas. Cesk. Lékarn 7, 1927, Seite 262) wurden 1 Stunde lang unter Rückfluß mit 100 ml Thionyl-chlorid erhitzt.

Das Chlorierungsmittel wurde unter Vakuum verdampft und der Rückstand in wasserfreiem Benzol (300 ml) aufgenommen.

Nach Zugabe im Kalten von 0,1 Mol Di-(\alpha-\text{athyl-n-propyl}) - amin, hergestellt gemäß Beispiel 1, wurde das Gemisch 1 Stunde unter Rückfluß erhitzt. Danach wurde 1 g Aktiv-kohle zugesetzt, worauf filtriert und im Vakuum trocken eingeengt wurde. Der Rückstand wurde wiederholte Male aus Petroläther umkristallisiert. Man erhielt N,N-Di-(\alpha-\text{athyl-n-propyl})-3-methyl-5-brombenzamid in Form von weißen Kristallen (Schmelzpunkt = 70 bis 71°C), das in Wasser unlöslich und in Aceton, Hexan und Äthylacetat löslich war.

C % ber. 61,01 H % ber. 7,96 N % ber. 3,95 gef. 60,97 gef. 7,91 gef. 3,96.

Beispiel 4

Ein Satz Kästen mit einer Oberfläche von 2 m² wurde mit Reisfelderde gefüllt. Setaria glauca und Reis wurden hineingesät. Die Erde wurde dann mit 10 cm³ Wasser bewässert, und unmittelbar danach wurde ein granuliertes Gemisch mit einem Gehalt an 5 % PAL 1000 und 95 % Bentonit in Dosen entsprechend 6, 4, 2, 1, 0,5, 0,25 kg des Wirkstoffs/ha gleichmäßig verteilt.

Periodische Überprüfungen des Wachstums ergaben, daß der Reis sich in sämtlichen Kästen normal entwickelte, außer in demjenigen, der nicht mit PAL 1000 (als Vergleich verwendet) behandelt worden war, worin ein Nachlassen des Wachstums infolge des konkurierenden Wachstums von Setaria glauca beobachtet wurde.

In den Kästen, die mit 0,5 und 0,25 kg/ha PAL 100 behandelt worden waren, wuchs der Reis gleichzeitig mit dem Unkraut. Letzteres war, wenn auch unter schwierigen Bedingungen, in Mengen von etwa 16 bis 17 Pflänzchen/m² in dem mit 0,5 kg des Wirkstoffs/ha behandelten Kasten und von 27 bis 28 in dem mit 0,25 kg Wirkstoff/ha behandelten Kasten aufgelaufen. In den nichtbehandelten Kästen waren 33 bis 34 Pflanzen/m².

Beispiel 5

Man verfuhr nach dem vorstehend genannten Beispiel , begann jedoch die Behandlung, als die Setaria glauca-Pflanzen gerade aufgelaufen waren.

Es wurde festgestellt, daß die gerade aufgelaufenen Unkrautpflanzen (44/m² durchschnittlich) sehr grün wurden, dann die
Blätter verkrumpelten, auf den Blättern gelbe Flecken erschienen und schließlich die Pflanzen abstarben.

Von diesen Pflanzen überlebten etwa 2 pro m² in dem mit 4 kg Wirkstoff/ha behandelten Kasten, etwa 10 in dem mit 2 kg Wirkstoff/ha behandelten Kasten, etwa 18 in dem mit 1 kg Wirkstoff/ha behandelten Kasten, 21 in dem mit 0,5 kg/ha behandelten Kasten und 40 in dem mit 0,25 kg/ha behandelten Kasten.

Paten-tanspruche:

(1) Substituierte Benzamide der allgemeinen Formel

worin X, Y und Z entweder gleich oder verschieden sein können und Wasserstoff- oder Halogenatome oder Alkylreste mit 1 bis 6 C-Atomen, Alkoxylreste mit 1 bis 6 C-Atomen, NH₂- oder NO₂-Reste bedeuten.

- 2. N,N-Di-(α-äthyl-n-propyl)-3-äthylbenzamid.
- 3. N,N-Di-(α-äthyl-n-propyl)-3-äthyl-5-brombenzamid.
- 4. N, N-Di-(Q-#thyl-n-propyl)-3-isopropylbenzamid
- 5. N, N-Di-(α-äthyl-n-propyl)-3-methyl-5-brombenzamid.
- 6. N, N-Di-(Q-athyl-n-propyl)-3-chlorbenzamid.
- 7. N, N-Di- $(\alpha$ -äthyl-n-propyl)-3,5-dichlorbenzamid.

worin X, Y und Z vorstehende Bedeutung haben, umsetzt.

17. Herbizid, gekennzeichnet durch den Gehalt an mindestens einer der Verbindungen der Ansprüche 1 bis 15 als Wirkstoff, gegebenenfalls zusammen mit üblichen Hilfsund Trägerstoffen.

Für:

Montedison S.p.A.

Mailand // Italien

Dr.H.J.Wolff Rechtsanwalt

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.